

**PREPARATION OF EMULSIFIER COMPOSITION AND WATER-IN-OIL-TYPE EMULSION
BY USING THE SAME**

Patent number: JP8000985
Publication date: 1996-01-09
Inventor: SAITO KOICHI; KISHIMOTO YOKO; SHUDO IKUKO; NAKANO YOSHIRO
Applicant: NIPPON OILS & FATS CO LTD
Classification:
- international: B01J13/00; A61K7/00; A61K9/107; B01F17/28; B01F17/38; B01F17/56
- european:
Application number: JP19940158114 19940615
Priority number(s): JP19940158114 19940615

Report a data error here

Abstract of JP8000985

PURPOSE:To prepare a water-in-oil-type emulsion with excellent stability and feeling of use even in a low viscosity region. **CONSTITUTION:**In preparing a water-in-oil-type emulsion, a surfactant compsn. wherein a nonionic surfactant (A) consisting of a partial ester of a polyhydric alcohol with at least three hydroxyl groups with a fatty acid and being liq. at ordinary temp. and a water soln. (B) contg. 1-40wt.% amino acid or its salt and 1-20wt.% non-reductive sugar alcohol with at least five hydroxyl groups in a molecule are mixed so as to make the wt. ratio of the nonionic surfactant in the component (A) to the component (B) water soln. to be 1:1 to 1:20, is used. In addition, emulsifying is performed by incorporating at first an emulsifying agent consisting of an ethylene oxide 20-60 adduct to a hydroxyfatty acid triglyceride and furthermore, mixing an emulsifying agent compsn. therein, and then, adding water therein.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-985

(43) 公開日 平成8年(1996)1月9日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 J 13/00		A		
A 6 1 K 7/00		N		
	9/107	B		
B 0 1 F 17/28				
	17/38			

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平6-158114	(71) 出願人	000004341 日本油脂株式会社 東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号
(22) 出願日	平成6年(1994)6月15日	(72) 発明者	齋藤 晃一 兵庫県尼崎市武庫之荘西2丁目53-2-505
		(72) 発明者	岸本 洋子 兵庫県明石市魚住町錦が丘1丁目7-8
		(72) 発明者	首藤 郁子 兵庫県西宮市東鳴尾町1-6-26-201
		(72) 発明者	中野 善郎 茨城県つくば市梅園2丁目15-5
		(74) 代理人	弁理士 称▲ぎ▼元 邦夫

(54) 【発明の名称】 乳化剤組成物およびそれを用いた油中水型エマルションの調製方法

(57) 【要約】

【目的】 低粘度の領域でも、安定性および使用感にすぐれた油中水型エマルションを調製することを目的とする。

【構成】 油中水型エマルションの調製に際し、A) 3個以上の水酸基を有する多価アルコールと脂肪酸との部分エステルからなる常温で液状を呈する非イオン系界面活性剤と、B) アミノ酸またはその塩を1~40重量%および分子内に少なくとも5個以上の水酸基を有する非還元性の糖アルコールを1~20重量%含有する水溶液とを、A成分の非イオン系界面活性剤：B成分の水溶液が重量比で1：1から1：20となるように混合した乳化剤組成物を使用し、油分に、まずヒドロキシ脂肪酸トリグリセライドのエチレンオキシド20~60モル付加物からなる乳化剤を加え、これにさらに上記の乳化剤組成物を混合したのち、水を加えて乳化させるようにする。

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 A) 3個以上の水酸基を有する多価アルコールと脂肪酸との部分エステルからなる常温で液状を呈する非イオン系界面活性剤と、B) アミノ酸またはその塩を1～40重量%および分子内に少なくとも5個以上の水酸基を有する非還元性の糖アルコールを1～20重量%含有する水溶液とを、A成分の非イオン系界面活性剤：B成分の水溶液が重量比で1：1から1：20となるように混合したことを特徴とする乳化剤組成物。

【請求項2】 A成分の非イオン系界面活性剤において、部分エステルを構成する脂肪酸が、シスーΔ9-オクタデセン酸を85重量%以上含有し、かつシスーΔ9-不飽和脂肪酸を90重量%以上含有する高純度オレイン酸からなる請求項1に記載の乳化剤組成物。

【請求項3】 油分に、ヒドロキシ脂肪酸トリグリセライドのエチレンオキシド20～60モル付加物を加え、これに請求項1または請求項2に記載の乳化剤組成物を混合したのち、水を加えて乳化させることを特徴とする油中水型エマルジョンの調製方法。

【請求項4】 油分が、シスーΔ9-オクタデセン酸を85重量%以上含有し、かつシスーΔ9-不飽和脂肪酸を90重量%以上含有する高純度オレイン酸のエステル化物からなるか、あるいは、このエステル化物とスクアラン、スクアレン、流動パラフィン、ポリブテンの中から選択される1種または2種以上との混合物からなる請求項3に記載の油中水型エマルジョンの調製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、乳化剤組成物と、この乳化剤組成物を用いた油中水型エマルジョンの調製方法とに関するものである。

【0002】

【従来の技術】油中水型エマルジョンは、従来より、さまざまな分野において、多くのすぐれた特性を有していることが知られていたにもかかわらず、一般には、そのほとんどの用途で水中油型エマルジョンが用いられていた。

【0003】とくに化粧品の場合、油中水型エマルジョンは皮膚に塗布することにより、角質層に油脂膜を形成するにもかかわらず、皮膚呼吸を妨げない、水や汗に対して流れ落ちにくい、などといった多くのすぐれた特徴を有していることが知られているが、実際には、安定性が低いなどの問題から、現在の日本のスキンケア製品における油中水型エマルジョン製品の割合は非常に低い。

【0004】一般に、化粧品や医薬品の場合、1～2年という長期の保証期間があるため、製品処方中に高級アルコールや各種の塩類、脂肪酸金属石鹸、低分子ポリエチレンなどのゲル化剤をはじめとする種々の添加剤を加え、粘度を上昇させることによつて、安定化を図る努力がなされているために、現在市販されている油中水型エ

2

マルシオン製品は、そのほとんどが高粘度のクリームである。

【0005】しかし、高粘度の油中水型クリームは、粘度の問題に加え、連続相が油であるために、水中油型のクリームと比較して、のびやべたつきといった皮膚上での使用感が悪く、皮膚外用医薬品や化粧品としては大きな問題があつた。

【0006】このような問題に対して、これまでに多くの検討がなされてきている。たとえば、特公昭48-15798号公報では、オレイン酸モノグリセライドとソルビトールの70%水溶液を混合させて得られる乳化剤組成物を用いることにより、特公昭53-21393号公報では、種々のアミノ酸水溶液と親油性の非イオン系界面活性剤を混合させて得られる乳化剤組成物を用いることにより、特公昭60-26366号公報では、α-モノアルキルグリセリルエーテルを乳化剤として用い、脂肪酸の金属塩や有機酸塩を併用することにより、それぞれ、安定な油中水型エマルジョンが得られることが示されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかるに、上記のいずれの方法も、比較的高粘度なエマルジョンを調製することを主目的としたものであり、乳化安定性の面で必ずしも満足できるものではなかつた。中でも、粘度が常温で1,000センチポイズ以下の領域、とくに200センチポイズ以下という非常に低粘度な領域においては、安定性の高い油中水型エマルジョンを調製することは困難であつた。

【0008】本発明は、従来安定性や使用感のために利用が制限されていた油中水型エマルジョン製品に関し、それらの問題点を解決するものであり、その目的とするところは、特定の乳化剤組成物の使用により、単に使用感にすぐれるだけでなく、エマルジョンの安定性を維持させにくい非常に低粘度な領域においても、高い安定性を維持しうる油中水型エマルジョンを得ることにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の目的を達成するため、鋭意検討した結果、親油性である特定の非イオン系界面活性剤と、アミノ酸またはその塩および特定の糖アルコールを含有する水溶液とを混合してなる乳化剤組成物を用いることにより、また、油分と特定の乳化剤を混合し、これに上記の乳化剤組成物を加えたのち、水を加えて乳化することにより、非常に低粘度な領域においても、高い安定性を示し、かつ皮膚上での使用感にすぐれた油中水型エマルジョンを調製できることを見出し、本発明を完成するに至つた。

【0010】すなわち、本発明の第1は、A) 3個以上の水酸基を有する多価アルコールと脂肪酸との部分エステルからなる常温で液状を呈する非イオン系界面活性剤と、

(3)

3

B) アミノ酸またはその塩を1~40重量%および分子内に少なくとも5個以上の水酸基を有する非還元性の糖アルコールを1~20重量%含有する水溶液とを、A成分の非イオン系界面活性剤：B成分の水溶液が重量比で1：1から1：20となるように混合したことを特徴とする乳化剤組成物に係るものである。

【0011】また、本発明の第2は、油分に、ヒドロキシ脂肪酸トリグリセライドのエチレンオキサイド20~60モル付加物からなる乳化剤を加え、これにさらに上記第1の発明に係る乳化剤組成物を混合したのち、水を加えて乳化させることを特徴とする油中水型エマルジョンの調製方法に係るものである。

【0012】

【発明の構成・作用】本発明の乳化剤組成物に用いるA成分は、3個以上の水酸基を有する多価アルコールと脂肪酸との部分エステルからなる、常温で液状を呈する親油性の非イオン系界面活性剤である。上記の部分エステルは、多価アルコールの種類によつて異なるが、たとえば、水酸基が3個のグリセロールの場合、主にモノエステルとジエステルと少量のトリエステルとの混合物であり、水酸基が4個のジグリセロールやソルビタンの場合、モノエステル、ジエステルと少量のトリエステルおよびテトラエステルとの混合物である。これら部分エステルのうち、良好な乳化剤組成物を形成するものとして、部分エステルの単品またはそれらの混合物が常温で液状を呈し、かつ親油性であるものの中から、選択使用される。

【0013】部分エステルを構成する3個以上の水酸基を有する多価アルコールとしては、たとえば、グリセロール、ジグリセロール、トリグリセロール、テトラグリセロール、ヘキサグリセロール、オクタグリセロール、デカグリセロール、キシリトール、ソルビトール、マンニトール、ソルビタン、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトールなどが挙げられる。

【0014】部分エステルを構成する脂肪酸としては、たとえば、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、リノール酸など、上記の多価アルコールとの部分エステルが常温で液状を呈するものである限り、公知の種々の脂肪酸を使用することができる。これらの脂肪酸の中でも、とくにシス- Δ^9 -オクタデセン酸を85重量%以上含有し、かつシス- Δ^9 -不飽和脂肪酸を90重量%以上含有する高純度オレイン酸が好ましい。

【0015】A成分の部分エステルとして、とくに好適なものは、上記の高純度オレイン酸から誘導される、グリセロールモノオレート、ソルビタンモノオレート、ソルビタンジオレート、ジグリセロールモノオレート、ジグリセロールジオレートなどである。これらの部分エステルは、アシル基として非常に高純度なオレイン酸が導入されているため、乳化剤としての酸化安定性にすぐ

4

れ、また界面活性剤分子間の配向性が高まる結果、皮膚への浸透性や乳化安定性などの機能性にすぐれるといった特徴があり、現在、一般に市販されているオレイン酸誘導体と比べて、乳化剤組成物の安定性およびそれを用いて調製される油中水型エマルジョンの安定性が著しく改善されるという効果を有している。

【0016】本発明の乳化剤組成物に用いるB成分は、アミノ酸またはその塩と、分子内に少なくとも5個以上の水酸基を有する非還元性の糖アルコールとを含有する水溶液である。アミノ酸またはその塩としては、一般的な食品添加物、日本薬局方医薬品として知られているものの中から選択使用できる。また、上記の非還元性の糖アルコールとしては、食品や日本薬局方医薬品として一般的に用いられているものの中から選択使用でき、とくにキシリトール、ソルビトール、マンニトール、マルチトール、ラクチトールなどが好ましく用いられる。

【0017】アミノ酸には、グリシン、アラニン、アルギニン塩酸塩、アスパラギン、アスパラギン酸、グルタミン、グルタミン酸、ヒスチジン、ロイシン、イソロイシン、プロリン、ヒドロキシプロリン、セリン、スレオニン、バリン、フェニルアラニンなどがあり、これらの中でも、中性のアミノ酸、とくにアラニンとセリンが好ましい。これらのアミノ酸は、通常L-体であるが、その異性体であるD-体、またそれらの混合物であるDL-体であつても、同様に使用できる。アミノ酸の塩には、ナトリウム塩やカリウム塩などの1価の金属塩、カルシウム塩やマグネシウム塩などの2価の金属塩があり、とくにアスパラギン酸ナトリウム1水和物、アスパラギン酸カリウム2水和物、グルタミン酸ナトリウム1水和物、グルタミン酸カリウム1水和物などが好ましく用いられる。

【0018】水溶液中のアミノ酸またはその塩の濃度は、1~40重量%である。1重量%より低いと、安定な乳化剤組成物が得られず、これを用いて調製される油中水型エマルジョンの安定性が低下する。アミノ酸またはその塩の濃度が高いほど、上記の安定性が向上してくるが、40重量%よりも高くなると、結晶が析出しやすくなる。本発明では、併用する糖アルコールがアミノ酸またはその塩の結晶析出を防ぎ、高濃度でも安定な水溶液とすることができるが、実用上は、過飽和状態を与えない濃度範囲とすべきであり、この濃度はアミノ酸またはその塩の溶解度によつて異なるため、選択したアミノ酸またはその塩の溶解度に応じて、上記範囲内において、適当な濃度を設定するのがよい。

【0019】また、水溶液中の非還元性の糖アルコールの濃度は、1~20重量%である。1重量%より低いと、最終的に調製される油中水型エマルジョンの安定性に問題を生じる場合がある。また、20重量%より高くなると、アミノ酸またはその塩の溶解性に問題を生じやすくなり、結果として、低粘度で安定な油中水型エマル

(4)

5

ションを得ることが困難となる。

【0020】本発明の乳化剤組成物は、上記A成分の部分エステルからなる常温で液状を呈する親油性の非イオン系界面活性剤と、上記B成分の水溶液とを、前者：後者が重量比で1：1から1：20となるように混合し、これを強固なゲル状の組成物となるまで攪拌することにより、通常、ゲル状の油中水型乳化剤組成物として、得ることができる。攪拌は強いほど良好なゲル状態を得ることができるが、その際、攪拌機によつて乳化剤組成物が高温になる場合には、常温以下に保つために冷却しながら攪拌を行うようにすればよい。

【0021】なお、A成分とB成分との混合比率は、B成分中のアミノ酸またはその塩、非還元性の糖アルコールの種類とその濃度に応じて、適宜最適な比率が選ばれる。たとえば、B成分がL-グルタミン酸ナトリウム1水和物5重量%およびラクチトール5重量%の水溶液の場合、A成分：B成分の重量比が1：2～1：10の範囲となるようにするのがよい。また、L-グルタミン酸ナトリウム1水和物40重量%およびラクチトール20重量%の水溶液の場合、A成分：B成分の重量比が1：2～1：15の範囲となるようにするのがよい。

【0022】本発明においては、上記の乳化剤組成物を用いて、最終目的とする油中水型エマルションを調製する。この方法は、まず、油分に、ヒドロキシ脂肪酸トリグセライドのエチレンオキサイド20～60モル付加物からなる乳化剤を加えて攪拌混合し、ついでこれに上記の乳化剤組成物を混合して分散させ、しかるのち水を加えて攪拌混合して乳化させるものであり、この方法により、低粘度でかつ安定性の高い油中水型エマルションを調製することができる。

【0023】油分としては、従来より化粧品などに用いられているエステル系油性基剤や、同じ化粧品に多く用いられている非エステル系油性基剤を、広く使用できる。とくに好ましくは、シス-Δ9-オクタデセン酸を85重量%以上含有し、かつシス-Δ9-不飽和脂肪酸を90重量%以上含有する高純度オレイン酸のエステル化物、たとえばグリセロールトリオレート、ジグリセロールテトラオレート、エチルオレート、デシルオレート、オレイルオレート、トリメチロールプロパントリオレートなどからなるエステル系油性基剤か、あるいは、この油性基剤とスクアラン、スクアレン、流動パラフィン、ポリブテンの中から選択される1種または2種以上の非エステル系油性基剤との混合物を用いるのがよい。

【0024】ヒドロキシ脂肪酸トリグセライドのエチレンオキサイド20～60モル付加物において、ヒドロキシ脂肪酸としては、ヒマシ油や硬化ヒマシ油などがある。なお、このトリグセライドのエチレンオキサイド付加物の使用量は、全処方中（油中水型エマルションの全体量中）、1～5重量%程度とするのがよい。また、このトリグセライドのエチレンオキサイド付加物と前記の

6

油分のほかに、全処方中、1～10重量%の割合で、3個以上の水酸基を有する多価アルコールと脂肪酸との部分エステルを添加してもよく、これにより油中水型エマルションの安定性をさらに高めることができる。

【0025】上記の部分エステルとしては、前記の乳化剤組成物を構成するA成分と同じ、常温で液状を呈する親油性の非イオン系界面活性剤であつて、A成分と全く同種のものを使用することができる。とくに好ましくは、シス-Δ9-オクタデセン酸を85重量%以上含有し、かつシス-Δ9-不飽和脂肪酸を90重量%以上含有する高純度オレイン酸から誘導される、グリセロールモノオレート、グリセロールジオレート、ジグリセロールモノオレート、ジグリセロールジオレート、ソルビタンモノオレート、ソルビタンセスキオレート、ソルビタントリオレート、マンニトールモノオレート、マンニトールジオレート、マンニトールトリオレートなどを用いるのがよい。

【0026】油中水型エマルションの調製において、油分および水の使用比率は、エマルションの用途目的に応じて、適宜選択される。とくに、本発明では、エマルションの粘度が常温で1,000センチポイズ以下、好ましくは200センチポイズ以下となる低粘度の領域に設定できるので、これに応じて油分および水の使用比率も広い範囲で選択することができる。一般的には、油分：水が重量比で90：10から10：90となるようにすればよい。また、このエマルションの調製に際し、前記本発明の乳化剤組成物の混合量は、全処方中、1～20重量%、好ましくは3～10重量%の割合とするのが好ましい。

【0027】このように調製される油中水型エマルションは、上記の如き非常に低粘度な領域においても、安定性にすぐれるといった特徴を有しており、たとえば、油相に油溶性の有効成分、水相に水溶性の有効成分を添加することにより、皮膚に対する浸透性、柔軟性さらには使用感にすぐれた化粧料や、皮膚上で用いる医薬品、あるいは農薬などに使用することができる。

【0028】

【発明の効果】本発明により、かなり低粘度な領域においても、高い安定性を示し、かつ皮膚上での使用感にすぐれた油中水型エマルションを調製することができる。

【0029】

【実施例】つぎに、本発明を、実施例によりさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0030】実施例1

A成分として、グリセロールモノオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE GO-901」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕5部を用いた。また、B成分として、L-グルタミン酸ナトリウム

(5)

7

1 水和物〔味の素（株）製〕3部およびマンニトール〔東和化成工業（株）製「マンニット」〕1部を精製水6部に溶解させた水溶液を用いた。このA成分およびB成分を、常温にて、クレアミックスCLM-0.8S〔（株）エムテック製〕を用いて、10,000回転で10分間攪拌混合して、油中水型となる乳化剤組成物X₁を得た。

【0031】実施例2

A成分として、ジグリセロールモノオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE PGO-9021L」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕5部を用いた。また、B成分として、L-グルタミン酸ナトリウム1水和物〔味の素（株）製〕4部およびラクチオール〔東和化成工業（株）製「MILCHEN」〕1部を精製水5部に溶解させた水溶液を用いた。このA成分およびB成分を、実施例1と同様に攪拌混合して、乳化剤組成物X₂を得た。

【0032】実施例3

A成分として、グリセロールモノオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE GO-991P」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量99重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量99重量%〕5部と、グリセロールジオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE GO-902P」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕5部を用いた。また、B成分として、L-アスパラギン酸ナトリウム1水和物〔味の素（株）製〕4部およびキシリトール〔東和化成工業（株）製「キシリット」〕1部を精製水12部に溶解させた水溶液を用いた。このA成分およびB成分を、実施例1と同様に攪拌混合して、乳化剤組成物X₃を得た。

【0033】実施例4

A成分として、ソルビタンモノオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE SO-901」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕5部を用いた。また、B成分として、L-セリン〔味の素（株）製〕3部およびソルビトール〔東和化成工業（株）製「ソルビット D-パウダー」〕1部を精製水6部に溶解させた水溶液を用いた。このA成分およびB成分を、実施例1と同様に攪拌混合して、乳化剤組成物X₄を得た。

【0034】実施例5

A成分として、ソルビタンモノオレート〔日本油脂（株）製「ノニオン OP-80R」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量55重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量82重量%〕5部を用いた。また、B成分として、L-グルタミン酸ナトリウム1水和物〔味の素（株）製〕3部およびマルチトール〔東和化成工業（株）製「AMALTY」〕1部を精製水6部に

8

溶解させた水溶液を用いた。このA成分およびB成分を、実施例1と同様に攪拌混合して、乳化剤組成物X₅を得た。

【0035】比較例1

ソルビタンモノオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE SO-901」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕5部と、ラクチオール〔東和化成工業（株）製「MILCHEN」〕4部を精製水6部に溶解させた水溶液とを、実施例1と同様に攪拌混合して、乳化剤組成物Y₁を得た。

【0036】比較例2

ソルビタンモノカプリレート〔日本油脂（株）製「ノニオン CP-08R」10部と、L-セリン〔味の素（株）製〕1部を精製水9部に溶解させた水溶液とを、実施例1と同様に攪拌混合して、乳化剤組成物Y₂を得た。

【0037】比較例3

ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート〔日本油脂（株）製「ノニオンOT-221」、エチレンオキシド付加モル数20〕5部と、L-グルタミン酸ナトリウム1水和物〔味の素（株）製〕3部およびラクチオール〔東和化成工業（株）製「MILCHEN」〕1部を精製水6部に溶解させた水溶液とを、実施例1と同様に攪拌混合して、乳化剤組成物Y₃を得た。

【0038】実施例6～10

油分として、オレイルオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE OO-9080」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量72重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕6部と、スクアレン〔スクアテック（株）製「スーパースクアレン」6部とを用い、これらの油分に50℃に加温したポリオキシエチレン硬化ヒマシ油〔日本油脂（株）製「ユニオール HC-40」、エチレンオキシド付加モル数40〕0.5部を加えて十分に攪拌し、これに実施例1～5で得た乳化剤組成物X₁～X₅：2部を混合して、油相中に分散させたのち、攪拌しながら精製水8部を徐々に加え、常温にて、クレアミックスCLM-0.8S〔（株）エムテック製〕を用いて、8,000回転で10分間攪拌混合して、5種の油中水型エマルションを調製した。

【0039】実施例11～15

油分として、グリセロールトリオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE GO-903」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量72重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕12部を用い、この油分に、ソルビタンセスキオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE SO-902」、アシル基組成：シス-Δ9-オクタデセン酸含量72重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕1.6部と、50℃に加温したポリオキシエチレン硬化ヒマシ油〔日

(6)

9

本油脂(株)製「ユニオール HC-40」、エチレンオキサイド付加モル数40)0.4部とを加えて十分に攪拌し、これに実施例1~5で得た乳化剤組成物X₁~X₅:1部を混合して、油相中に分散させたのち、攪拌しながら精製水6部を徐々に加え、以下実施例6~10と同様に攪拌混合して、5種の油中水型エマルションを調製した。

【0040】実施例16~20

油分として、オレイルオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE OO-9990」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量99重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量99重量%〕6部と、スクアレン〔スクアテック(株)製「スーパースクアレン」3部と、スクアラン〔スクアテック(株)製「スーパースクアラン」3部とを用い、これらの油分に、ソルビタントリオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE SO-993」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量99重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量99重量%〕0.8部と、グリセロールモノオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE GO-991」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量99重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量99重量%〕1.2部と、50℃に加温したポリオキシエチレン硬化ヒマシ油〔日本油脂(株)製「ユニオール HC-40」、エチレンオキサイド付加モル数40)0.4部とを加えて十分に攪拌し、これに実施例1~5で得た乳化剤組成物X₁~X₅:1部を混合して、油相中に分散させたのち、攪拌しながら精製水10部を徐々に加え、以下実施例6~10と同様に攪拌混合して、5種の油中水型エマルションを調製した。

【0041】実施例21~25

油分として、ジグリセロールテトラオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE PGO-9024L」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕6部と、ポリブテン〔日本油脂(株)製「パールリームEX」6部とを用い、これらの油分に、ソルビタントリオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE SO-903」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕1部と、ソルビタンセスキオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE SO-902」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕1部と、50℃に加温したポリオキシエチレン硬化ヒマシ油〔日本油脂(株)製「ユニオール HC-40」、エチレンオキサイド付加モル数40)0.4部とを加えて十分に攪拌し、これに実施例1~5で得た乳化剤組成物X₁~X₅:1部を混合して、油相中に分散させたのち、攪拌しながら精製水6部を徐々に加え、以下実施例6~10

10

と同様に攪拌混合して、5種の油中水型エマルションを調製した。

【0042】比較例4~8

油分として、オレイルオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE OO-9080」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕12部を用い、この油分に、ソルビタンセスキオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE SO-902」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕1部を加えて十分に攪拌し、これに実施例1~5で得た乳化剤組成物X₁~X₅:1部を混合して油相中に分散させたのち、攪拌しながら、あらかじめ精製水6部にポリオキシエチレン硬化ヒマシ油〔日本油脂(株)製「ユニオール HC-40」、エチレンオキサイド付加モル数40)0.4部を50℃で溶解したのち常温に冷却したものを徐々に加え、以下実施例6~10と同様に攪拌混合して、5種の油中水型エマルションを調製した。

【0043】比較例9~13

油分として、ジグリセロールテトラオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE PGO-9024L」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕12部を用い、この油分に、ソルビタンセスキオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE SO-902」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量88重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕1部と、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート〔日本油脂(株)製「ノニオン OT-221」、ポリソルベート80、エチレンオキサイド付加モル数20)0.5部とを加えて十分に攪拌し、これに実施例1~5で得た乳化剤組成物X₁~X₅:1部を混合して、油相中に分散させたのち、攪拌しながら精製水6部を徐々に加え、以下実施例6~10と同様に攪拌混合して、5種の油中水型エマルションを調製した。

【0044】比較例14~18

油分として、中鎖脂肪酸トリグリセライド〔日本油脂(株)製「パナセート800」〕8部と、スクアラン〔スクアテック(株)製「スーパースクアラン」〕4部とを用い、この油分に実施例1~5で得た乳化剤組成物X₁~X₅:3部を加えて分散させたのち、攪拌しながら精製水6部を徐々に加え、以下実施例6~10と同様に攪拌混合して、5種の油中水型エマルションを調製した。

【0045】比較例19~21

油分として、オレイルオレート〔日本油脂(株)製「NOFABLE OO-9080」、アシル基組成:シス-Δ9-オクタデセン酸含量72重量%、シス-Δ9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕12部を用い、この油分

(7)

11

に、ソルビタンセスキオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE SO-902」、アシル基組成：シス- Δ 9-オクタデセン酸含量72重量%、シス- Δ 9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕1部と、グリセロールモノオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE GO-901」、アシル基組成：シス- Δ 9-オクタデセン酸含量72重量%、シス- Δ 9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕1部と、50℃に加温したポリオキシエチレン硬化ヒマシ油〔日本油脂（株）製「ユニオール HC-40」、エチレンオキサイド付加モル数40〕0.4部とを
10 加えて十分に攪拌し、これに比較例1～3で得た乳化剤組成物Y₁～Y₃：1部を混合して、油相中に分散させたのち、攪拌しながら精製水6部を徐々に加え、以下実施例6～10と同様に攪拌混合して、3種の油中水型エマルションを調製した。

【0046】比較例22

油分として、グリセロールトリオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE GO-903」、アシル基組成：シス- Δ 9-オクタデセン酸含量88重量%、シス- Δ 9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕12部を用い、この油分に、ソルビタンセスキオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE SO-902」、アシル基組成：シス- Δ 9-オクタデセン酸含量88重量%、シス- Δ 9-不飽和脂肪酸含量94重量%〕2部と、50℃に加温したポリオキシエチレン硬化ヒマシ油〔日本油脂（株）製「ユニオール HC-40」、エチレンオキサイド付加モル数40〕0.4部とを加えて、十分に攪拌しながら、あらかじめ精製水6部にL-グルタミン酸ナトリウム1水和物〔味の素（株）製〕0.1部とラクチオール〔東和化成工業（株）製「MILCHEN」〕
30 0.1部とを溶解させたものを徐々に加え、以下実施例6～10と同様に攪拌混合して、油中水型エマルション*

*を調製した。

【0047】比較例23

油分として、グリセロールトリオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE GO-903」、アシル基組成：シス- Δ 9-オクタデセン酸含量72重量%、シス- Δ 9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕12部を用い、この油分に、ソルビタンモノオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE SO-901」、アシル基組成：シス- Δ 9-オクタデセン酸含量72重量%、シス- Δ 9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕1部と、グリセロールモノオレート〔日本油脂（株）製「NOFABLE GO-901」、アシル基組成：シス- Δ 9-オクタデセン酸含量72重量%、シス- Δ 9-不飽和脂肪酸含量88重量%〕1部と、50℃に加温したポリオキシエチレン硬化ヒマシ油〔日本油脂（株）製「ユニオール HC-40」、エチレンオキサイド付加モル数40〕0.4部とを加えて、十分に攪拌しながら、精製水6部を徐々に加え、以下実施例6～10と同様に攪拌混合して、油中水型エマルションを調製した。

20 【0048】以上の実施例6～25および比較例4～23で調製した各油中水型エマルションについて、コントラパス社のレオマツト115を用いて、常温（25℃）での粘度を測定した結果、実施例6～25のものは、いずれも、200センチポイズ以下の低粘度であり、また比較例4～23のものでも、これとほとんど変わらないか、あるいは200センチポイズをやや上回る程度であった。具体例として、実施例1、3で得た乳化剤組成物X₁、X₃を用いた数種の油中水型エマルションについて、25℃および40℃の測定粘度を、下記の表1に示した。

【0049】

【表1】

表1

	粘度 (センチポイズ)	
	25℃	40℃
実施例6	71	42
" 8	70	40
" 11	75	45
" 13	75	44
" 21	181	91
" 23	176	86
比較例4	72	44
" 9	216	114

【0050】つぎに、上記の実施例6～25および比較例4～23で調製した各油中水型エマルションについて

50 て、エマルションの調製後、速やかに下記の要領にて、安定性および使用性の評価を行った。これらの結果は、

(8)

13

後記の表2（実施例6～25）および表3（比較例4～23）に示されるとおりであつた。なお、各表には、参考のために、用いた乳化剤組成物の種類を併記した。

【0051】＜安定性＞油中水型エマルジョン5mlを、15mlのふた付きのポリプロピレン製スピッツ管（滅菌済）に入れ、各温度での安定性の評価を行った。調製1日後、10日後に肉眼判定により、分離が全く認められないものを◎、油相が僅かに分離したものを○、水相の分離が認められるものを△、油相、水相ともに分離が認められるものを×、2相がほとんど分離しているものを××、として評価した。

14

*【0052】＜使用性＞健康な男女20名をパネラーとし、油中水型エマルジョンを手の甲に塗布した際の皮膚上での、のびとさつぱり感を、下記の基準にしたがつて、評価した。表中、「N」はのび、「S」はさつぱり感、である。

- ◎： 良いと答えた人数が16人以上
○： 良いと答えた人数が12～15人
△： 良いと答えた人数が7～11人
×： 良いと答えた人数が6人以下

【0053】

【表2】

*

表2

	乳化剤 組成物 の種類	安定性（1日後）			安定性（30日後）			使用性評価	
		5℃	25℃	40℃	5℃	25℃	40℃	N	S
実施例6	X ₁	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 7	X ₂	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 8	X ₃	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 9	X ₄	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 10	X ₅	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 11	X ₁	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 12	X ₂	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 13	X ₃	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 14	X ₄	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 15	X ₅	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 16	X ₁	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 17	X ₂	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 18	X ₃	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 19	X ₄	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 20	X ₅	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 21	X ₁	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 22	X ₂	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 23	X ₃	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 24	X ₄	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
" 25	X ₅	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎

【0054】

【表3】

(9)

15

16

表 3

	乳化剤 組成物 の種類	安定性 (1日後)			安定性 (30日後)			使用性評価	
		5℃	25℃	40℃	5℃	25℃	40℃	N	S
比較例 4	X ₁	△	×	×	×	×	×	○	△
" 5	X ₂	△	×	×	△	×	×	○	△
" 6	X ₃	△	△	×	△	×	×	△	△
" 7	X ₄	△	△	×	△	×	×	△	△
" 8	X ₅	△	×	×	×	×	×	△	×
" 9	X ₁	△	×	×	×	×	×	×	×
" 10	X ₂	△	×	×	△	×	×	×	×
" 11	X ₃	△	△	×	△	×	×	×	×
" 12	X ₄	△	△	×	△	×	×	×	×
" 13	X ₅	△	×	×	×	×	×	×	×
" 14	X ₁	△	△	×	×	×	×	×	×
" 15	X ₂	△	△	×	×	×	×	×	×
" 16	X ₃	△	△	×	×	×	×	×	×
" 17	X ₄	△	△	×	×	×	×	×	×
" 18	X ₅	△	△	×	×	×	×	×	×
" 19	Y ₁	○	◎	△	×	×	×	○	△
" 20	Y ₂	△	△	×	×	×	×	○	△
" 21	Y ₃	△	△	×	×	×	×	△	×
" 22	—	△	×	×	×	×	×	×	×
" 23	—	△	×	×	×	×	×	×	×

【0055】上記の表2および表3の結果から明らかなように、本発明の乳化剤組成物X₁～X₅を用いるとともに、油分にポリオキシエチレン硬化ヒマシ油を加え、これに上記の乳化剤組成物X₁～X₅を混合したのち、

30 水を加えて乳化させる方法により、低粘度であつて、かつ安定性および使用感ともにすぐれた油中水型エマルジョンを調製できるものであることがわかる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B O I F 17/56

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.